

γ-알루미나부터 α-알루미나 분말 제조에 있어 Seeding과 알루미나 졸이 미치는 영향

임경란 · 장진욱* · 임창섭 · 홍국선*

한국과학기술연구원 세라믹스연구부

*서울대학교 무기재료공학과

(1994년 12월 30일 접수)

Effects of α-Al₂O₃ Seeds and Alumina Sol on α-Alumina Powder Derived from γ-Al₂O₃

Kyoung Ran Han, Jin Wook Jang*, Chang Sup Lim and Kug Sun Hong*

Division of Ceramics, Korea Institute of Science and Technology

*Dept. of Inorganic Materials and Eng., Seoul National University

(Received December 30, 1994)

요 약

보헤마이트를 700°C에서 2시간 열처리하여 얻어진 γ-알루미나를 3 wt% α-Al₂O₃(d₅₀=0.36 μm)와 3 wt%의 알루미나 졸로 처리하였을 때, DSC 분석 결과 θ- → α-알루미나로의 상전이 온도가 1214°C에서 1140°C로 낮아졌다. α-알루미나는 상전이 온도를 낮추며, 알루미나 졸은 고온 처리시 동반되는 응집을 제어하는 것으로 나타났다. 이 효과는 졸의 첨가량이 증가함에 따라 커졌으며, TEM과 입도분포로 확인할 수 있었다. 예로 9 wt%의 알루미나 졸과 3 wt%의 α-Al₂O₃ seeds를 첨가하여 1100°C/1시간 열처리로 d₅₀=0.54 μm의 비교적 균일한 구형의 α-알루미나 분말을 제조하였다. 이를 1500°C/2시간 소결로 상대밀도 99%이며 비교적 균일한 2~3 μm grain 크기의 미세구조를 가지는 소결체를 얻었다.

ABSTRACT

The phase transformation temperature from θ- to α-alumina was lowered from 1214°C to 1140°C in DSC by treating γ-alumina obtained by calcination of boehmite at 700°C for 2 hrs with α-Al₂O₃ seeds (d₅₀=0.36 μm) and 3 wt% of the alumina sol. α-Al₂O₃ seeds seemed to lower the transformation temperature and the alumina sol suppressed the high temperature agglomeration. The effect was increased as the amount of the sol was increased, which was supported by TEM and particle size distribution. For an example, spherical γ-alumina powder with d₅₀=0.54 μm was prepared by treating the γ-alumina with 9 wt% of the alumina sol and 3 wt% of the α-Al₂O₃. It sintered to 99% of the theoretical density at 1500°C for 2 hrs. and it had relatively homogeneous microstructure with 2~3 μm sized grains.

Key words: γ-alumina, Seeding, Alumina sol, α-Alumina powder

1. 서 론

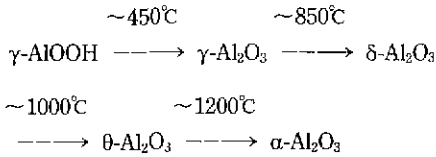
알루미나는 입자의 크기, 모양, 순도 등에 따라 여러 종류가 있으며 어떤 전구체를 통하여 만들어졌는가에 따라 소결성에 큰 차이가 있다¹⁾.

일반적으로 알루미나는 복사이트에서 NaOH를 사용하여 알루미늄을 추출하는 Bayer process를 통하여 생산되는데, 이때 얻어지는 수산화 알루미늄을 1200~1300°C

에서 열처리하여 알루미나를 얻는다. 또한 Al(OR)₃를 가수분해하여 수산화 알루미늄 또는 보헤마이트를 얻고 이를 1200~1300°C에서 열처리하여 α-알루미나를 만든 후 분해와 sizing을 거쳐 소결이 잘 되는 알루미나를 만든다^{2,3)}.

보헤마이트는 topotactically 분해되어 다음과 같은 상변화를 거쳐 α-알루미나가 된다¹⁾.

γ -알루미나부터 α -알루미나 분말 제조에 있어 seeding과 알루미나 졸이 미치는 영향



이때 고온 열처리에 따른 심한 응집 현상을 전이 온도를 낮추어 제어하려는 연구가 계속되어 오고 있다. 알루미나 분말제조에 있어서 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나로의 전이 온도를 낮추려는 노력이 α -알루미나와 비슷한 격자 상수를 가지는 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ($d_{50}=50\text{ nm}$)를 seed로 사용하여 있어 왔다⁵⁻⁷. Tsuchida⁸ 등은 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 를 포함하고 있는 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 용액을 공침시켜 얻은 분말의 DTA로부터 상전이 온도가 낮아졌음을 관측하였고, Bye와 Simpkin⁹은 무정형 알루미나에 Fe^{3+} 를 첨가하여 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나의 전이 온도를 낮출 수 있음을 보여 주었으며, Wakao와 Hibino¹⁰는 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 로부터 만든 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 에 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 첨가하여 전이온도를 낮출 수 있음을 보여주고 있다. Dynys와 Halloran¹¹은 $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 를 1000°C 에서 열처리하여 얻은 γ -알루미나를 고순도 알루미나 불을 사용하여 전석 밀링하면 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나의 상전이를 촉진시킨다고 하였다.

본 논문에서는 α -알루미나 seed($d_{50}=0.36\ \mu\text{m}$)와 알루미나 졸이 γ -알루미나에서 α -알루미나를 제조할 때 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발 물질

본 실험에서 사용한 원료 분말은 보헤마이트(Condea, Disperal 20/1, >95%, 3.5 wt% Cl^-), α -알루미나(Sumitomo, AKP30, $d_{50}=0.36\ \mu\text{m}$), MgO (High Purity Chem. Co., 99%)였다. 사용된 알루미나 졸은 $\text{Al}(\text{O-iBu})_3$ (Alfa Prod., >95%)를 HCO_2H 를 사용하여 가수분해 및 중합반응이 일어나게 만든 졸로 0.61 g $\text{Al}_2\text{O}_3/10\ \text{ml}$ 의 농도였다⁹.

2.2. 분말 제조 및 소결

보헤마이트를 $700^{\circ}\text{C}/2\ \text{h}$ 로 열처리하여 얻은 γ -알루미나를 3 wt%의 α -알루미나, 소결조제로 500 ppm의 MgO 와 같이 증류수에서 고순도 알루미나 불(직경 5 mm)을 사용하여 24시간 불 밀링으로 혼합하였다. 그 후 알루미나 졸을 3~9 wt% 첨가한 다음 12시간 더 불 밀링 후 건조하였다. 이때 공정 조건에 따라서 α -알루미나와 알루미나 졸의 첨가여부를 달리하였다.

건조된 분말은 제조공정에 따라 $1000\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 의 온도로 1시간 하소하였으며, 하소된 분말을 24시간 불 밀링하여 분쇄한 다음, slurry를 건조하여 $1.5\ \text{ton}/\text{cm}^2$ 의 압력으로 binder 없이 전석 성형을 한 후 소결을 하였다. 소결은 $10^{\circ}\text{C}/\text{분}$ 의 승온속도로 1500°C 에서 2시간 행하였다.

2.3. 합성된 분말의 상분석 및 특성 평가

합성된 분말의 온도에 따른 α 상으로의 상전이를 분석하기 위해 XRD(Philips, PW1749)를 사용하였다. $\text{CuK}\alpha$ 선과 graphite monochromator가 사용되었으며, 각도는 $2\theta=20\sim 80^{\circ}$, scan speed는 분당 2° 였다. 임도측정을 위하여 원심임도분리기(Shimadzu, SA-CP2)를 사용하였고, 분말크기와 형상을 관찰하기 위하여 TEM(Jeol, 200-CX) 촬영을 행하였다. 가속전압 160 kV에 배율은 1만 배로 하였다.

2.4. 소결체의 밀도 및 미세구조 관찰

소결체를 증류수에서 수시간 끓인 후 수증무게와 포수무게를 측정하고, 오븐에서 건조하여 건조무게를 측정 한 후 부피비중(bulk density)을 계산하였다. 미세구조 관찰을 위해서는 #600, 800, 1000의 SiC 연마지를 거친 후 $1\ \mu\text{m}$ diamond paste로 마지막 연마를 하였고, 소결 온도보다 30°C 낮은 온도에서 thermal etching을 30분 행한 후 SEM(Akashi, SX-40) 촬영을 하였다.

3. 결과 및 고찰

보헤마이트 겔의 seeding 효과는 일반적으로 $<0.2\ \mu\text{m}$ 의 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 나 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 사용하였을 때 나타나는 것으로 알려져 있다^{1,10,11}. 그러나, 본 연구에서 사용한 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 는 평균입도가 $0.36\ \mu\text{m}$ 로서 seed로 사용되기에는 큰 효과를 기대할 수 없는 큰 seed이지만 이것이 알루미나 졸과 같이 사용되었을 때 나타나는 효과를 조사하고자 하였다.

3.1. 첨가제와 열처리 온도에 따른 α -알루미나로의 상전이 분석

γ -알루미나에 3 wt% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 와 3 wt% 알루미나 졸을 첨가하여 얻어진 분말의 DSC 곡선 분석으로부터 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나의 상전이 온도가 1214°C 에서 1140°C 으로 낮아짐을 알 수 있었다(Fig. 1). 따라서 알루미나 졸과 seed의 영향을 파악하기 위해 열처리에 따른 XRD 분석을 행하였다. γ -알루미나에 3 wt%의 α -알루미나 seed를 혼

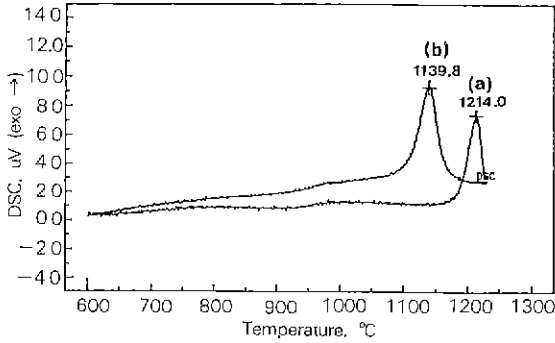


Fig. 1. DSC curves of γ -alumina powder prepared by: (a) heating boehmite at 700°C for 2 h. and (b) treating the γ -alumina with 3 wt% of the sol and 3 wt% of the α -alumina (AKP30) with a heating rate of 10°C/min. under flowing air.

합한 것과, 3 wt%의 α -알루미나 seed와 3 wt%의 알루미나 졸을 혼합한 것을 열처리하였는데, Fig. 2a는 후자의 것을 1000와 1100°C로 열처리한 것의 XRD pattern이며, 전자의 경우도 비슷한 pattern을 나타내었다. 두 분말 모두 1000°C까지는 α 상이 보이지 않으나, 1100°C에서 α 상으로 전이된 것을 알 수 있었다. 따라서 알루미나 졸은 α -알루미나 전이에 큰 역할을 하지 못함을 알 수 있었다. 그리고 순수한 보헤마이트(또는 γ -알루미나)의 경우 1200°C에서 α -알루미나로의 상전이가 일어나는 사실을 생각한다면(Fig. 2b) 이는 seed의 역할임을 입증해 주고 있다. 한편 두가지 XRD pattern 모두 38.3° 부근에서 알루미나가 아닌 피크가 나타나는데, 이는 원료에 잔존하는 NaOH에 기인하며 소결온도 영역에서는 사라진다. 또한 졸의 양을 달리했을 때도 같은 XRD pattern을 보였다. 이외 같이 알루미나 졸의 첨가여부 또는 양은 상전이에 영향을 주지 않으나, 뒤에 언급할 분말 자체의 특성에 주로 영향을 끼치게 된다.

3.2. 하소온도와 알루미나 졸 첨가에 따른 분말의 변화 양상

보헤마이트를 1200°C에서 1시간 열처리하여 얻은 α -알루미나를 불필링으로 분쇄한 분말의 SEM 사진을 Fig. 3(a)에 보여주고 있는데 평균 입도가 약 4~6 μm 임을 알 수 있다. Fig. 3(b)는 3 wt%의 α -알루미나 seed와 3 wt% 알루미나 졸을 첨가하여 1000°C/1 h. 하소한 분말의 사진인데 자세히 살펴 보면 매우 작은 입자들이(<0.1 μm) 응집된 상태로 분포되어 있다. 이는 1000°C의 XRD pattern으로부터 미루어 α 상으로 바뀌지 않은 전이 알루미나임을 알 수 있다. 1100°C일 경우(c)는 둥근 형상의

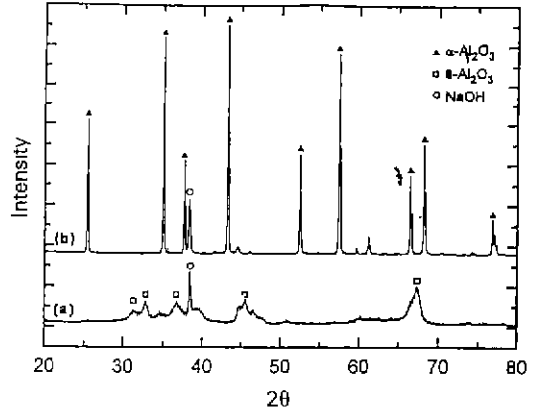


Fig. 2a. XRD patterns of alumina powder prepared by treating γ -alumina with 3 wt% of the α - Al_2O_3 and 3 wt% of the alumina sol, and then heat treating at: (a) 1000°C and (b) 1100°C for 1 h..

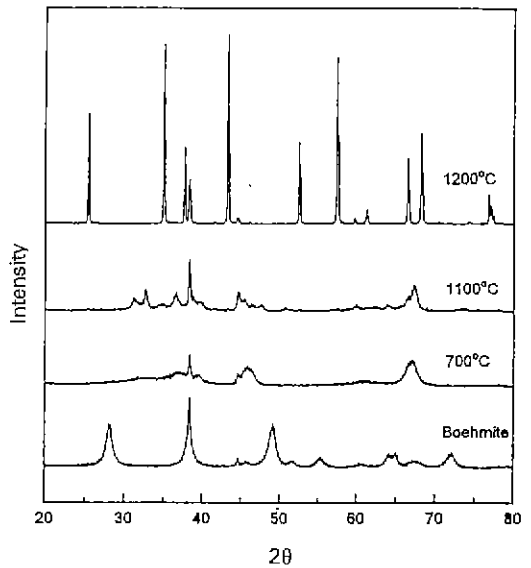


Fig. 2b. XRD patterns of boehmite powder heat-treated at various temperatures for 1 h..

α -알루미나 입자들이 다소의 응집을 보여주고 있다. 그러나 사진상에서 1차 입자는 0.1~0.2 μm 정도의 극히 초미립임을 알 수 있다.

알루미나 졸의 양이 5 wt%로 증가되었을 경우(d)는 입자 크기와 모양이 3 wt%의 졸을 사용하였을 때와 큰 차이를 보이지 않는다. 그러나 7 wt%(e), 9 wt%(f)의 졸을 사용하였을 때는 분말의 크기가 0.3~0.5 μm 로 증대되었음을 알 수 있으며, 이는 알루미나 졸의 양이 증가함에

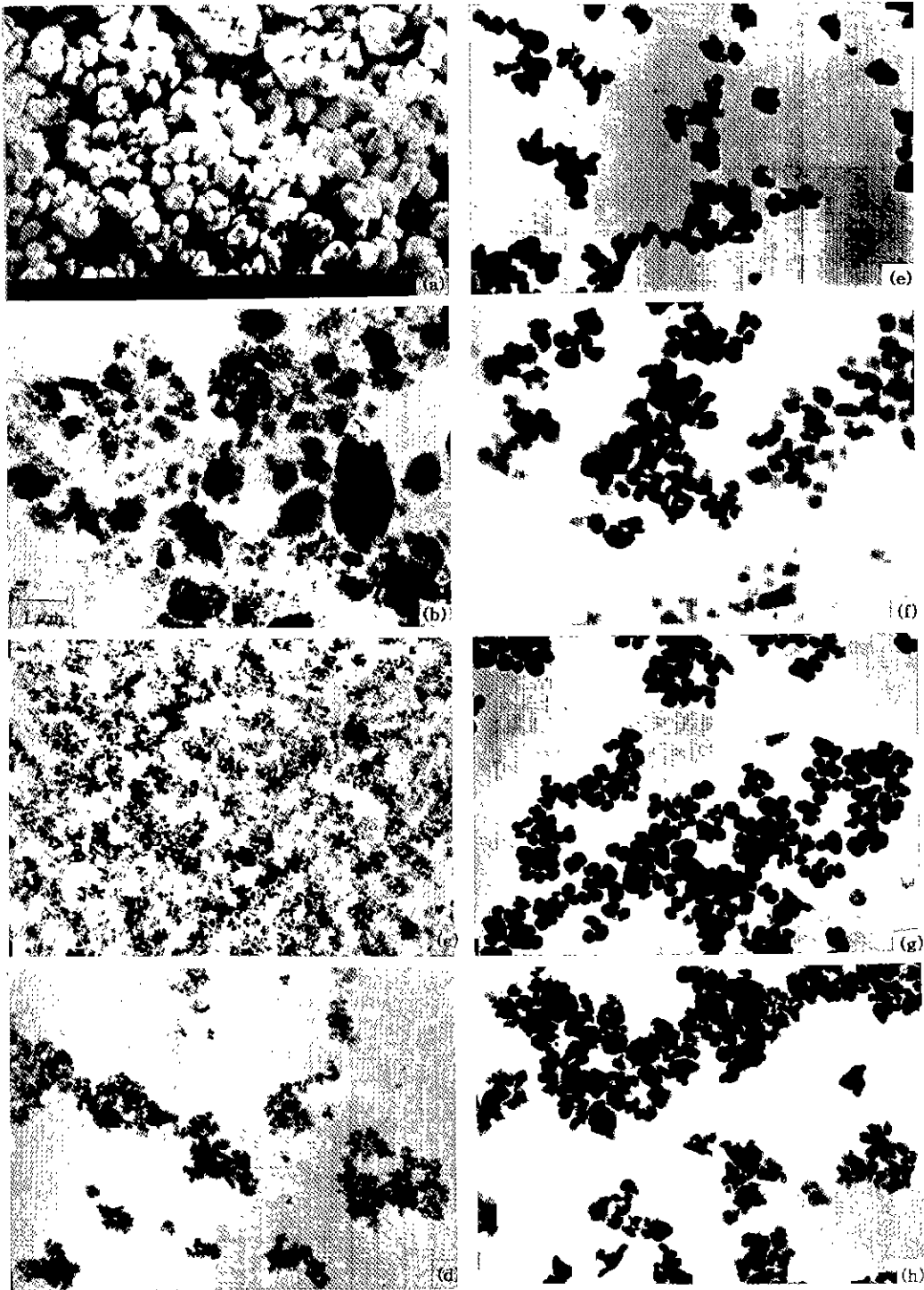


Fig. 3. SEM and TEM micrographs of alumina powders derived from γ -alumina using: (a) none, and calcined at 1200°C/1 h., (b) 3 wt% sol+3 wt% seed, 1000°C/1 h., (c) 3 wt% sol+3 wt% seed, 1100°C/1 h., (d) 5 wt% sol+3 wt% seed, 1100°C/1 h., (e) 7 wt% sol+3 wt% seed, 1100°C/1 h., (f) 9 wt% sol+3 wt% seed, 1100°C/1 h., (g) 3 wt% sol, 1200°C/1 h., and (h) 3 wt% seed, 1100°C/1 h. ($\times 10,000$ in TEM).

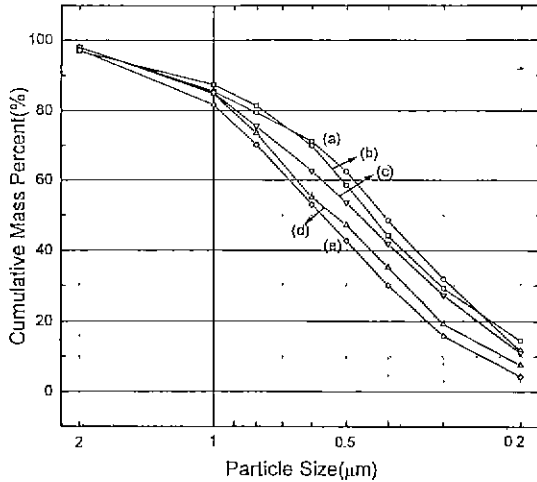


Fig. 4. Particle size distributions of α -alumina powders prepared by treating γ -alumina with 3 wt% of α -alumina seed and various amount of the alumina sol: (a) 0 wt%, (b) 3 wt%, (c) 5 wt%, and (d) 9 wt%, and then followed by calcination at 1100°C/1 h., compared with (e) only 3 wt% of the alumina sol and calcined at 1200°C/1 h..

따라 알루미나 졸이 코팅된 미세한 입자들이 작은 응집을 이루어 0.3~0.5 μm 의 입자를 이루게 되었다고 본다.

졸과 seed의 역할을 독립적으로 알아보기 위하여 γ -알루미나에 3 wt%의 졸만을 첨가하여 1200°C/1 h. 열처리하고, 3 wt%의 seed 만을 첨가하여 1100°C/1 h. 열처리한 분말의 TEM은 Fig. 3(g)와 (h)이다. 두 가지 경우 모두 다 분말이 비교적 둥근 형상을 나타내며 사진상에서의 1차 입자 크기는 비슷하나 뒤에 설명할 입도

분포에서는 다소의 차이를 보여준다. Fig. 4에 나타난 입도분포를 보면, 3, 5 wt% 졸의 경우 비슷한 입도분포를 보이고 있으며, d_{50} 값은 두 경우 모두 다 0.4 μm 보다 약간 더 큰 값을 나타내고 있다. 이는 0.1 μm 의 crystalline size를 나타내는 TEM 사진과 비교할 때 8~16개의 입자가 뭉친 것으로 보인다. 9 wt% 졸의 경우 1 μm 이상 크기의 분말의 양은 같으나 평균입도는 0.54 μm 정도로서 TEM 사진과 비슷한 값을 나타내었다. 전자의 경우 입자크기의 불일치는 분말의 분산도에 기인한다고 생각된다. 즉, 3, 5 wt% 첨가의 경우는 입자가 가늘어 심한 응집을 나타내어 잘 분산되지 않으므로 입도가 크게 나오는 것으로 생각된다. 한편 3 wt%의 졸만을 첨가하여 열처리한 것은 $d_{50}=0.58 \mu\text{m}$ 정도로서 조건 중 가장 큰 수치를 나타내었다. 이는 다른 batch의 하소가 1100°C에서 행했음을 고려할 때, 1200°C의 높은 하소온도에 기인한 것이지만 순수한 보헤마이트를 1200°C로 하소하여 생성된 α -알루미나의 입자크기(4~6 μm)보다는 훨씬 작으며, 이는 졸 첨가에 의한 응집감소의 영향임을 말해 준다. 3 wt%의 seed 만을 첨가했을 경우는 $d_{50}=0.53 \mu\text{m}$ 로서 5 wt% 졸과 3 wt% seed를 첨가한 것과, 9 wt% 졸과 3 wt% seed를 첨가했을 때 크기의 중간 정도임을 보여주고 있다. 졸의 역할은 상전이 도중의 응집을 막아주는 것이지만, 양이 증가하면 극히 미세하게 코팅된 입자들간의 응집이 쉽게 일어나 작은 응집체를 이루어 분말의 크기가 커짐을 알 수 있다. 이러한 분말이 소결이 잘됨을 볼 때 졸 첨가량 증가에 따라 생성되는 응집체는 soft 한 응집체로 보인다.

3.3. 소결 밀도 및 미세구조

다음의 Table 1은 졸의 양과 하소온도를 변화하며 제

Table 1. Effects of Calcination Temperature and Amount of the Alumina Sol on the Densities of Alumina Prepared from γ -alumina and Sintered at 1500°C for 2 h..

Specimen	Al sol (wt%)	α -alumina (wt%)	Calcination		Sintered Density (g/cm ³) (Rel. Den.)
			Temp. (°C/1 h)	Phase	
B	3	3	1000	θ	3.70(93.2%)
C	3	3	1100	α	3.80(95.7%)
D	5	3	1100	α	3.92(98.7%)
F	9	3	1100	α	3.93(99.0%)
H	0	3	1100	α	3.72(93.7%)
I	3	0	1100	θ	3.60(90.7%)
G	3	0	1200	α	3.77(95.0%)
A	0	0	1200	α	Not Sintered

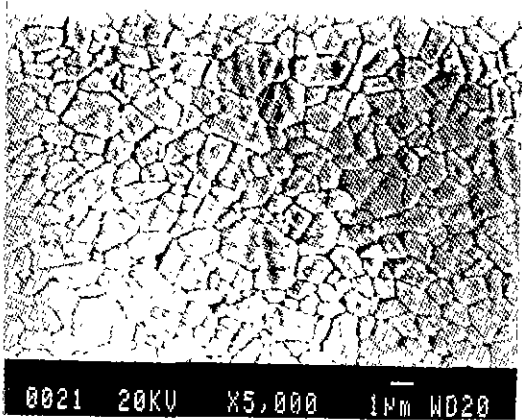


Fig. 5. SEM micrograph of polished and thermally etched surface of sintered alumina at 1500°C for 2 h.

조된 알루미나 분말을 1500°C / 2 h. 열처리하여 얻은 소결체의 밀도를 보여 주고 있다.

Table 1로부터 1000°C 에서 하소한 분말은 TEM 사진이나 XRD에서 보여지듯이 α 상으로 전이된 상태가 아니므로 소결중 $\theta \rightarrow \alpha$ 상전이로 인한 밀도 증가(3.50 \rightarrow 3.97 g/cm³) 때문에 기공이 생기기 치밀화가 쉽게 일어나지 못함을 알 수 있으며, 1100°C 에서 하소한 분말은 α 상으로 시편에 따라 약간의 차이는 있으나 소결이 잘 이루어짐을 알 수 있었다. 이 경향성은 3wt%의 졸만을 혼합한 후 열처리한 분말에서도 나타나는데 완전히 α 상으로 전이하지 못한 1100°C 하소 분말보다 α 상으로 완전히 전이된 1200°C 하소 분말의 소결 시편이 더 높은 밀도를 보여 준다. 한편 seed 만을 투입하여 1100°C 하소 후 소결한 시편은 93.7%라는 비교적 낮은 값을 보여 주었는데, 이는 seed 첨가 이외에 졸의 첨가가 소결을 용이하게 한다는 것을 말해 준다. 알루미나 졸의 양이 증가할수록 소결밀도는 증가하여 9 wt%를 첨가할 때는 99%에 달하는 소결밀도를 보였다. 이 경우 평균입경이 3 wt%의 첨가 때보다 큼에도 불구하고 높은 소결 밀도보이는 것은 TEM 사진에서 보여지듯이 응집이 적다는 것과 균일한 크기의 구형 분말이라는 특성에 기인한다고 본다. 이는 알루미나 졸의 역할이 전이 알루미나를 균일하게 코팅함으로써 심한 응집을 막아준다고 생각된다. 특히 입도분포에서 보여지듯이 1 μ m 이상의 분말 양은 첨가된 졸의 양이 3~9 wt%로 변하여도 모두 비슷한 양을 나타내므로 졸의 존재는 그 양에 관계없이 응집에 의한 입자의 거대화를 제어하여 주고, 그 양이 증대되면 개개 입자의 응집도는 감소하고, 분말의 평균입경은 다소

증가되었음을 볼 수 있다. Fig. 5에 3 wt% α -알루미나와 9 wt% 알루미나 졸을 첨가하여 1100°C 에서 하소하여 얻은 평균입도 0.54 μ m의 α -알루미나 분말을 1500°C / 2 h. 소결한 것의 미세구조를 나타내고 있다. 2~3 μ m의 grain size에 비교적 균일하고 치밀한 미세구조를 보여주고 있다.

공정을 더 개선하여 소결온도를 낮출 수 있다면 더 작은 크기의 grain을 가진 소결체를 얻을 수 있으므로 강도등 물성이 향상될 것이다.

4. 결 론

보헤마이트를 출발원료로 하고, α -알루미나와 알루미나 졸을 첨가제로 하여 알루미나 분말을 합성하였으며, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 알루미나 졸 이외에 α -알루미나 seed(d_{50} =0.36 μ m)를 사용하였을 때 γ -알루미나에서 α -알루미나로의 상전이 온도가 1140°C 로서 첨가제를 사용하지 않은 온도 1214°C 보다 74°C 저하되는 효과를 얻었으며, 3 wt% 알루미나와 알루미나 졸(3~9 wt%)을 사용하여 평균입도가 0.4~0.54 μ m 인 구형의 α -알루미나 분말들을 제조하였다.

2. 알루미나 졸의 주된 역할은 하소 과정에서 분말의 응집을 방지하는 것이었으며 TEM 사진과 소결밀도로 확인할 수 있었다. 이 효과는 졸의 첨가량이 커짐에 따라 증대되었고, 분말의 크기는 약간 커졌으며, 9 wt% 졸 사용시 d_{50} =0.54 μ m의 초미분 분말을 얻을 수 있었다.

3. 1500°C 로 소결시 밀도는 졸의 양이 증가될수록 커졌으며 이는 응집의 감소에 의한 영향으로 본다.

4. 9 wt% 졸과 3 wt% α -알루미나 졸을 첨가하여 제조한 분말을 1500°C 에서 소결한 시편은 99%의 상대 밀도를 나타내었고 2~3 μ m 정도의 gram 들이 균일하게 분포되어 있는 미세구조를 보여 주었다.

감사의 글

본 연구는 코스모산업(주)의 연구비 지원에 의해 행하여졌습니다. 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. W.H. Gitzen, "Alumina as a Ceramic Material"; pp 7-28, Special publication No 4, The American Ceramic Society, Inc., Columbus, OH, 1970.

2. A. Ayril, J. Phalippou and J.C. Droguet, "Alumina Powders from Aluminum Alkoxide,"; pp. 239-244 in *Better Ceramics through Chemistry III*. Edited by C.J. Brinker, D.R. Ulrich, and D.E. Clark, MRS Inc., Pittsburgh, PA, 1988.
3. S.J. Wilson and G.D. McConnell, "A Kinetic Study of the System Gamma $\text{AlOOH}/\text{Al}_2\text{O}_3$," *J. Solid State Chem.*, **34**, 315-22 (1980).
4. M. Kumagai and G.L. Messing, "Controlled Transformation and Sintering of a Boehmite Sol-Gel by α -Alumina Seeding," *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(9), 500-505 (1985).
5. H. Yaparlar and H. Hausner, "Densification of Alumina Derived from Aluminum Hydroxide Precipitated with α - Al_2O_3 Seeds," p 417-23 in *Ceramic Transactions*, vol. 22, *Ceramic Powder Science, IV*, Ed. by Hirano, G.L. Messing and H. Hausner, Am. Ceram. Soc. Westerville, OH, 1991., Y. Wakao and T. Hibino, "Effects of Metallic Oxides on the α -transformation of Alumina," *Nagoya Kogyo Gijutsu Shinkensho Hokoku*, **111**, 588-95 (1962).
6. T. Tsuchida, R. Furuichi, T. Ishii and k. Itoh, "The Effect of Cr^{3+} and Fe^{3+} ion on the Transformation of Different Aluminum Hydroxides to α - Al_2O_3 ," *Thermochim Acta*, **64**, 337-53 (1983)
7. G.C. Bye and G.T. Simpkin, "Influence of Cr and Fe on the Formation of α - Al_2O_3 from γ - Al_2O_3 ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **57**(8), 367-71 (1974).
8. F.W. Dynys and J.W. Halloran, "Alpha Alumina Formation in Alum-Derived Gamma Alumina," *J. Am. Ceram Soc.*, **65**(9), 442-48 (1982).
9. K.R. Han, C.S. Lim and M.J. Hong, "New Alumina Sol Derived from $\text{Al}(\text{O}-i\text{Bu})_3$ and Formic Acid," Submitted to Publication.
10. J. McArdle and G.L. Messing, "Transformation, Microstructure Development and Densification in α - Fe_2O_3 Seeded Boehmite-Derived Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(1), 214-22 (1993).
11. W. Yarbrough and R. Roy, "Microstructure Evolution in Sintering of AlOOH Gels," *J. Mater. Res.*, **2**(4), 494-515 (1987).